

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-39370

⑤ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和64年(1989)2月9日

C 23 C 14/32

8520-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 薄膜形成装置

⑰ 特 願 昭62-195373

⑱ 出 願 昭62(1987)8月6日

⑮ 発 明 者 西 山 岩 男 東京都港区芝5丁目33番1号 日本電気株式会社内
⑯ 出 願 人 日 本 電 気 株 式 有 限 公 司 東京都港区芝5丁目33番1号
⑰ 代 理 人 弁 理 士 岩 佐 義 幸

Document 3)
(JP-A-64-39370)

明 細 書

1. 発明の名称

薄膜形成装置

2. 特許請求の範囲

(1) 固体原料を気化させる機構と、得られた原料ガスをキャリアガスに混合し、ノズルを通過させて真空中に噴出させて、高速の中性クラスタービームを発生する機構と、高速の中性クラスタービームの当たる位置に配置された基板の保持機構とを備えることを特徴とする薄膜形成装置。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は物理的蒸着法を用いた薄膜形成装置に関する。

(従来の技術)

従来の薄膜形成方法としては、物理的蒸着法(PVD法)が広く用いられており、原料を蒸発させる方法に様々な工夫が施され、

(1) 抵抗加熱や電子ビームを用いて原料を加熱して蒸発させる真空蒸発法、

(2) A r イオンのスパッタリング作用を利用するスパッタ法、

(3) 電圧を印加した原料を加熱して原子イオンを生じさせ蒸着を行うイオンプレーティング法等が広く知られている。

最近ではこれらの他に、イオン化したクラスター(塊状原子団)を用いて成膜を行うクラスターイオンビーム(ICB)蒸着法が、ヤマダ、タカオカ、イノカワ、ウスイ、チェン、タカギによって雑誌「シンソリッドフィルムズ(Thin Solid Films)」の92巻(1982年)137頁-146頁に報告されている。この方法は、るつぼを用いて金属を高温度に加熱して蒸発させ、その蒸気を1mm程度の小さな穴を通して真空中に自由膨張させることによりクラスターを生じさせ、それに電子ビームを交差させることによりイオン化し、このイオンに電圧を印加して加速して高速のイオンクラスターを作り、これを被成膜基板の表面に衝突させて成膜させる方法である。

この方法は、

(a) ビーム自身の運動エネルギーが大きいために、基板温度が低くとも表面における拡散が促進され、その結果、低温で結晶性の良い薄膜が得られる、

(b) イオンビームではあるがクラスターであるために原子数あたりの電荷が小さく、イオン衝撃による表面損傷が比較的軽減される、等の特徴があると報告されている。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら、この従来の方で作ったクラスターは、通常幅広い原子数分布を有しており、単原子のものもかなりの割合で含まれる。従って前記(b)の表面損傷の問題に関しては十分解消されたとはいいがたい。また、電子衝撃によってイオン化すると必ずフラグメンテーション(中性断片化)が付随して起こるため、クラスター利用という観点からは効率が悪い。

本発明の目的は、高速の中性クラスタービーム発生機構を具備し、この中性クラスタービームを用いて成膜を行うことにより、従来の欠点を除き、

欠点であるイオン衝撃に伴う表面損傷の問題やクラスターのフラグメンテーションの問題を解決している。

(実施例)

第1図は、本発明の第1の実施例である薄膜形成装置を示す。この装置は、超音速分子線発生室11、差動排気室12、薄膜成長室13、および超音速分子線発生室11の中に設置されるノズル21、ノズル加熱用ヒーター22、超音速分子線発生室11と差動排気室12の間に設置されるスキマー24、差動排気室12と薄膜成長室13の間に設置されるコリメータ25、薄膜成長室13の中に設置される加熱機構付き基板支持具27より成る。

超音速分子線発生室11、差動排気室12、および薄膜成長室13のそれぞれは、1000 L/s 程度の排気速度を有する真空排気系によって高速に排気される。

ノズル21は、キャリアガス供給系に連結されており、内部に原料を置くことができ、噴射のための0.01~1mm程度の小穴を有する構造となつて

膜質の改善された薄膜を形成することのできる薄膜形成装置を提供することにある。

(問題点を解決するための手段)

本発明の薄膜形成装置は、固体原料を気化させる機構と、得られた原料ガスをキャリアガスに混合し、ノズルを通過させて真空中に噴出させて、高速の中性クラスタービームを発生する機構と、高速の中性クラスタービームの当たる位置に配置された基板の保持機構とを備えることを特徴とする。

(作用)

本発明の装置では、イオン化して電場によって加速という手段をとらずに、流体力学的効果を利用して中性のままクラスターを高速に加速できる高速中性クラスタービーム発生機構を具備している。このクラスタービーム発生機構を用いて得られる高速の中性クラスターを用いることにより、成膜表面における原子の拡散を促進させ結晶性の高い、良質の薄膜を形成することができる。また、イオン化を行わないことにより、ICB蒸着法の

いる。

このような薄膜形成装置において、まず薄膜成長に用いる原料23をノズル21の中に置き、一方、原料の薄膜を形成する基板26を基板支持具27に設置する。ノズル加熱用ヒーター22を用いてノズル21を加熱すると同時に、ノズル21に0.1~10気圧程度のキャリアガス(希ガス、水素、窒素等を用いる)を送る。加熱により気化した原料はキャリアガスの中に混合される。原料気体を0.1~10%程度含むこの混合ガスは、ノズル21の小穴より真空中に自由膨張で噴出される。このとき断然膨張により内部エネルギーが減少して冷却し、原料ガスは凝縮してクラスターを生成する。

こうして得られたクラスタービームはスキマー24を通して差動排気室12に導かれ、ほぼ無衝突の分子線となる。得られたクラスターの分子線はコリメータ25を通して指向性を高められ、薄膜成長室13の中に設置された基板26に衝突し薄膜を形成する。なお、ここで設けたスキマー24、コリメータ25および差動排気機構は、基板26の表面上で膜

を形成させたい部分のみに有効に原料を供給することが可能となり、薄膜成長室13の背圧を下げる効果を有している。

本実施例では2段の差動排気機構を用いてクラスタービームを発生させたが、背圧を恒性にすれば差動排気なしでもクラスターの生成は可能であり、また逆に差動排気機構を増やして薄膜成長室13の背圧を下げることも可能である。

生成したクラスターの速度は、流体力学的効果によって、混合比で大半を占めるキャリアガスの質量で決まる速度に揃う。従って、キャリアガスの種類を変化させることにより、クラスターの速度を制御することができる。例えば、ヘリウムガスをキャリアガスとし、アルミニウムを原料に用いて原子数100のクラスタービームを生成させたとすると、並進エネルギー約20 eVのクラスタービームを得ることができる。

本実施例の効果を調べるために、原料にアルミニウムを使用し、前記の方法でシリコン基板上にアルミニウムの薄膜を成長させR H E E Dバタ-

スキマー24、コリメータ25、加熱機構付き基板支持具27、および本実施例の特徴である、原料にレーザー光31を集光照射するための集光レンズ32、光導入窓33から構成されている。

ノズル28は、内部に原料を置くことができ、この原料にレーザー光31を照射できる構造となっている。

このような薄膜形成装置において、まず金属等の薄膜成長に用いる固体の原料23をノズル28の中に置き、レーザー光31を集光レンズ32と光導入窓33を通して原料23の表面上に集光照射すると同時に、ノズル28に0.1~10気圧程度のキャリアガス（希ガス、水素、窒素等を用いる）を送る。レーザー光照射により、瞬間的かつ局所的に加熱された原料23は、瞬間的に蒸発し、キャリアガスの中に混合される。こうして得られた混合ガスを、第1の実施例と同様にし、ノズル28の小穴より真空中に自由膨張で噴出させることによりクラスターを発生させ、これを用いて成膜を行う。

本実施例の装置を用いて、前述の第1の実施例

ンをとって結晶性を調べた。通常の真空蒸着法との比較のために、キャリアガスを流さずに気化した原料ガスのみを用いて成膜を行った。この時圧力条件は分子流領域となるように温度を設定したので、原料ガスの組成は単原子が大半を占めると推定され、また速度分布は温度で決まるボルツマン分布をしていると推定される。こうして通常の真空蒸着法と同等の条件下で得られた薄膜と、ヘリウムをキャリアガスとし高速の中性クラスタービームを生成させて得られた薄膜の結晶性を比較した。その結果、後者で明らかな結晶性の向上が確認され、高速の中性クラスタービームの効果が実証された。また、イオン化を行っていないためにイオン衝撃による表面損傷は観測されず、この方法の優位性が立証された。

第2図は原料の気化にレーザ加熱法を取り入れた第2の実施例である薄膜形成装置の概略断面図である。この装置は、第1図に示した第1の実施例の装置と同様の構成要素である超音速分子線発生室11、差動排気室12、薄膜成長室13、ノズル28、

と同じアルミニウムの成膜を行ったところ、第1の実施例と同様に膜質の向上が図られた。

さらに、本実施例ではレーザ加熱法を用いたことにより、ヒーター加熱法を用いた第1の実施例に比べて以下に示すような利点が追加された。

(1) 集光されたレーザ光によって加熱される部分は原料23の表面のごく一部であり、原料23やノズル28は比較的低温に保たれる。従って高温に加熱された材料から発生しやすい不純物の混入が避けられる。

(2) 高温に耐える原料容器を必要としないため、高融点の金属、絶縁膜、半導体などの材料についても、この装置を用いて薄膜を形成することが可能である。

このような点はI C B蒸着法に比べても、改善された利点である。

そこで、これらの利点を実証するため、I C B蒸着法では取り扱うことのできない高融点金属の例としてタングステンを原料として成膜を行った。膜質の評価を行ったところ良好な薄膜の形成を確

認した。また半導体材料であるシリコンについても前記の方法を適用して結晶性の高い薄膜を形成することができた。

なお、前記二つの実施例では原料気化の方法として、ヒーター加熱法およびレーザ加熱法について述べたが、その他にも原料容器自身に電流を流して加熱する抵抗加熱法、赤外線ランプ等を用いるランプ加熱法、高周波を用いる高周波加熱法、電子ビームを利用する電子ビーム加熱法、イオンのスパッタ作用を利用するイオンスパッタ法等を用いることも可能である。

〔発明の効果〕

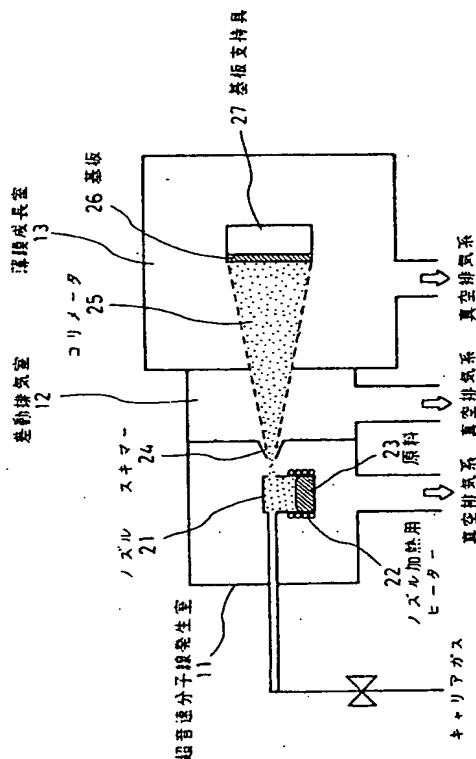
以上説明したように本発明の薄膜形成装置は、高速の中性クラスタービームを用いて原子の表面拡散効果を促進することにより、従来より結晶性が高く、良好な膜質の薄膜を形成することができた。また、従来技術であるICB蒸着法の欠点であるイオン衝撃による表面損傷の問題やクラスターのフラグメンテーションの問題を解決することができた。

4. 図面の簡単な説明

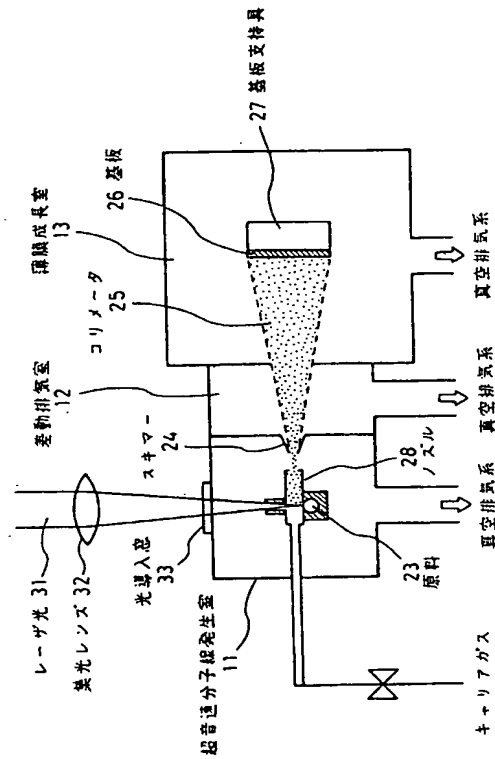
第1図および第2図は、本発明の第1および第2の実施例をそれぞれ説明する成膜装置の模式的断面図である。

- 11・・・超音速分子線発生室
- 12・・・差動排気室
- 13・・・薄膜成長室
- 21, 28・・・ノズル
- 22・・・ノズル加熱用ヒーター
- 23・・・原料
- 24・・・スキマー
- 25・・・コリメータ
- 26・・・基板
- 27・・・基板支持具
- 31・・・レーザ光
- 32・・・集光レンズ
- 33・・・光導入窓

代理人 弁理士 岩佐 義幸



第1図



第2図

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 64-039370

(43)Date of publication of application : 09.02.1989

English abstract
of Document 3)

(51)Int.Cl.

G23C 14/32

(21)Application number : 62-195373

(71)Applicant : NEC CORP

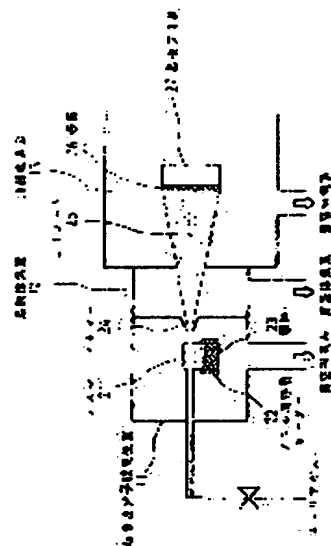
(22)Date of filing : 06.08.1987

(72)Inventor : NISHIYAMA IWAO

(54) THIN FILM FORMING DEVICE**(57)Abstract:**

PURPOSE: To form a good-quality thin film having high crystallinity by vaporizing a solid raw material, mixing the vapor with a carrier gas, injecting the mixture into a vacuum through a nozzle to form a neutral cluster beam, and forming the film.

CONSTITUTION: A supersonic molecular beam generating chamber 11, a differential exhaust hood 12, and a thin film growth chamber 13 are respectively evacuated by an evacuation system at a high speed, the nozzle 21 is heated by a heater 22, and a carrier gas (nitrogen, etc.) at 0.1W10atm. is simultaneously sent to the nozzle 21. The raw material 23 is heated and vaporized, the vapor is mixed with the carrier gas to form a gaseous mixture contg. about 0.1W10% vaporized raw material, and the gaseous mixture is injected from the nozzle 21 by free expansion. As a result, the gaseous raw material is cooled and condensed to form a cluster, and the obtained cluster beam enters the differential exhaust hood 12 through a skimmer 24 to form an almost collisionless molecular beam. The cluster molecular beam is passed through a collimator 25 to enhance its directivity, and allowed to collide with the substrate 26 set in the thin film growth chamber 13 to form a thin film.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office